

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2000338113  
PUBLICATION DATE : 08-12-00

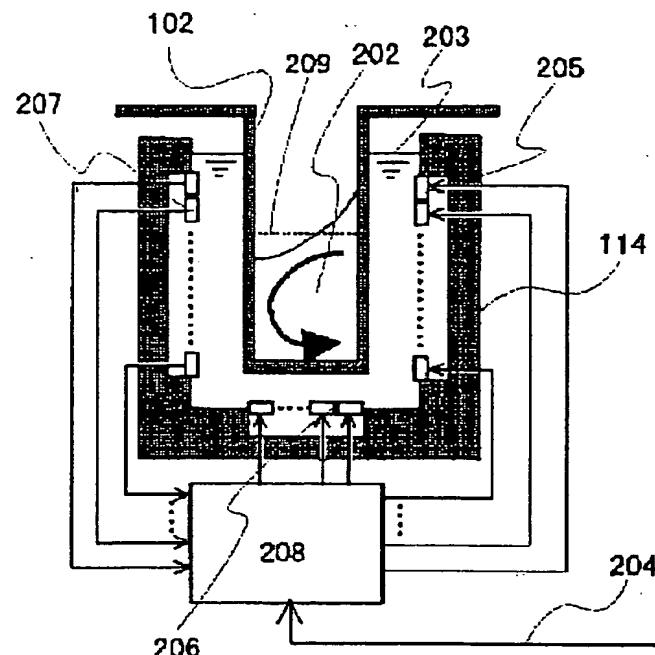
APPLICATION DATE : 27-05-99  
APPLICATION NUMBER : 11147646

APPLICANT : HITACHI LTD;

INVENTOR : INAGAKI AKIRA;

INT.CL. : G01N 35/02 B01F 15/00 G01N 9/24  
G01N 11/14 G01N 13/02

TITLE : CHEMICAL ANALYZER



ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the stirring and mixing efficiency by automatically detecting the viscosity, concentration, surface tension, hydrophilicity to a reactor and the like of a sample and a reagent, and automatically measuring a stirring degree during or after stirring.

SOLUTION: A pair of side array sound sources 205 and a pair of sound receiving elements 207 respectively opposite to one another are operated to measure the transmission of partial acoustic wave of the reaction vessel 102 at the position. This measurement is executed on each pair, a transmission amount of acoustic wave at each position is measured, and a position of the maximum difference in the transmission amount is regarded as a position of a liquid surface 209. When the acoustic wave of polarized intensity is applied from a lower sound source 206 to a sound source side, and the liquid surface 209 is pressed up to a reaction vessel 102 side surface, the liquid surface 209 is lowered at a side surface at the opposite side. This is determined by the surface tension, concentration, hydrophilic property to a vessel wall and the like of an object to be stirred, and the characteristics can be identified on the basis of the intensity of the applied acoustic wave and the polarization of the liquid surface 209. This detection is executed not only before the stirring but also similarly executed after the stirring to be compared, and the achievement in stirring and mixing can be evaluated.

COPYRIGHT: (C)2000,JPO



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-338113

(P2000-338113A)

(43)公開日 平成12年12月8日 (2000.12.8)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テ-マコ-ト (参考)

G 01 N 35/02  
B 01 F 15/00  
G 01 N 9/24  
11/14  
13/02

G 01 N 35/02  
B 01 F 15/00  
G 01 N 9/24  
11/14  
13/02

D 2 G 05 8  
Z 4 G 03 7  
C  
Z

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 8 頁)

(21)出願番号

特願平11-147646

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 加藤 宗

茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

(72)発明者 三宅 亮

茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

(74)代理人 100075096

弁理士 作田 康夫

(22)出願日 平成11年5月27日 (1999.5.27)

最終頁に続く

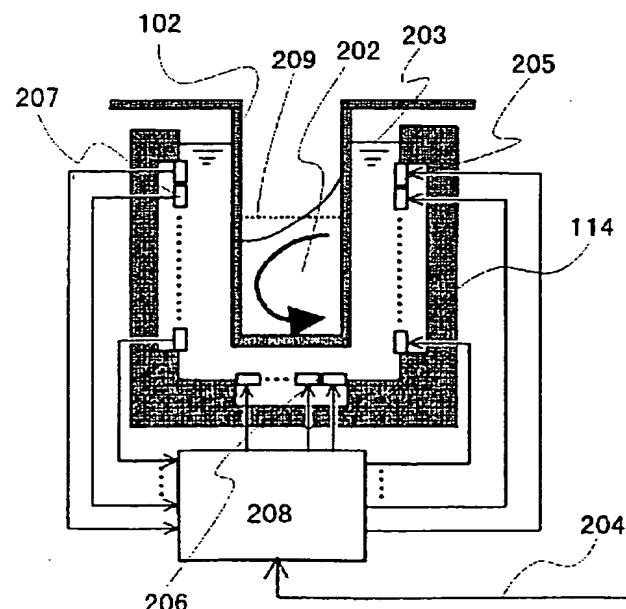
(54)【発明の名称】 化学分析装置

(57)【要約】

【課題】 化学分析装置においてより十分な攪拌混合を可能とする。

【解決手段】 化学分析装置において、サンプルおよび試薬の粘性あるいは密度あるいは表面張力あるいは反応容器への親水性あるいはこれらの組み合わせを自動的にセンシングする手段と攪拌操作中あるいは終了時に攪拌の程度を自動的に計測する手段とを備える。

図2



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】上部開口部を有する一つあるいは複数の反応容器と、その開口部よりサンプルおよび試薬を供給するサンプル供給手段および試薬供給手段と、反応中あるいは反応が終了した前記サンプルの物性を計測する計測手段とを備えた化学分析装置において、サンプルおよび試薬の粘性あるいは密度あるいは表面張力あるいは反応容器への親水性あるいはこれらの組み合わせを自動的に検出する手段と、攪拌操作中あるいは終了時に攪拌の程度を自動的に計測する手段とを備えたことを特徴とする化学分析装置。

【請求項2】請求項1の化学分析装置において、反応容器外部に設けられ、この反応容器に対して音波を照射する音波発生手段を備えたことを特徴とする化学分析装置。

【請求項3】請求項1に記載の化学分析装置において、前記センシング、または前記混合程度の計測、またはこれらの組み合わせに攪拌駆動源の負荷の変化を利用する特徴とする化学分析装置。

【請求項4】請求項2に記載の化学分析装置において、発生された音波を検出する手段を備えており、前記センシング、または前記混合程度の計測、またはこれらの組み合わせに前記音波発生手段および検出手段間の音波の伝ばの変化を利用することを特徴とする化学分析装置。

【請求項5】請求項2に記載の化学分析装置において、前記センシング、または前記混合程度の計測、またはこれらの組み合わせに音波発生手段の負荷変化を利用する特徴とする化学分析装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は化学分析装置に係り、特に、反応容器内の試薬とサンプルの混合のための攪拌に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来の化学分析装置では、攪拌機構はヘラやスクリューを被攪拌対象に浸し、それらの回転によって被攪拌対象内に流動を発生させて混合している。

【0003】また、特開平8-146007号公報にはヘラやスクリューの代わりに超音波を用いる攪拌機構が開示されている。即ち、超音波を被攪拌物に照射して、それによって、生じる被攪拌物自体の音響流を用いてサンプルと試薬を非接触で攪拌し混合するものである。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】反応容器内の被攪拌対象物を十分に混合する場合、反応容器内に十分な流動を発生させる必要がある。そのため、被攪拌対象物固有の力学的特性に応じた最適な攪拌操作を与えてやらなければならない。前述のヘラやスクリューを用いた攪拌方法では、ヘラの形状、回転速度、回転時間、被攪拌物にそれを浸す深さ等が攪拌操作のパラメータである。また、

超音波を用いた攪拌方法では音波の周波数、強度分布等が攪拌操作のパラメータである。

【0005】攪拌の最適化を行なうためには、攪拌を行なう前に被攪拌対象物の特性が予め与えられていることが好ましい。

【0006】本発明の目的は、化学分析装置において被攪拌物の特性を攪拌実行前にセンシングし、その結果に基づいて最適化された攪拌パラメータによって攪拌を行なうことによって攪拌・混合の効率を向上させることにある。また、攪拌中あるいは終了時点での被攪拌物の混合程度を計測することによって、再攪拌の必要性を判定したり、分析結果の信頼性評価の指標を与えることが可能な攪拌機構を実現することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】上記の目的は、サンプルおよび試薬の粘性、密度、表面張力、反応容器への親水性、あるいはこれらの組み合わせを自動的に検出する検出手段と、攪拌操作中あるいは終了時に攪拌の程度を自動的に計測する手段とを備えることによって達成される。

## 【0008】

【発明の実施の形態】本発明の一実施例を図1および図2を用いて説明する。図1は本実施例の化学分析装置の構成を示す傾視図である。図2は図1に示す化学分析装置において、被攪拌物に対して自動的に液体の特性をセンシング（検出）し、その被攪拌物にとて最適な条件で攪拌混合を行なうための、非接触攪拌装置の構成を示す縦断面図である。

【0009】図1に示すように、本化学分析装置は主に反応容器102を格納する反応ディスク101と、反応ディスク101に格納されている反応容器の恒温状態を保つ為の恒温槽114とを備えている。反応ディスク101は、図示していない駆動機構によって回転し、反応容器が恒温槽114中を回転できる構成となっている。また、サンプルカップ104を収納するサンプル用のターンテーブル103と、試薬ボトル106を格納する試薬用のターンテーブル105と、サンプル、試薬をそれぞれ反応容器に分注するサンプリング分注機構107と、試薬分注機構108とを備えている。さらに、分注されたサンプルと試薬を反応容器内で攪拌する攪拌機構109と、反応容器内の混合物質の反応過程、及び反応後の吸光度を測定する測光機構110と、検査（測光）が終了した後に反応容器を洗浄する洗浄機構111を備えている。この検査結果は、モニター113に出力される。

【0010】次に、図2を用いて攪拌機構109の構成を説明する。

【0011】反応ディスク101に格納された反応容器201は、恒温槽114中の恒温水203に浸されながら、メインコントローラ112のプログラムによって自

動的に回転および停止動作を繰り返している。恒温槽114中の攪拌機構109を備えた位置で停止したとき、メインコントローラ112からの司令204によって、攪拌機構109は動作を開始する。攪拌機構109は、反応容器102の側面および底面から任意の強度分布で音波が照射できるように、アレイ状に配置された側方アレイ音源205と下方アレイ音源206を恒温槽114に設置した構成となっている。また、側方から照射される反応容器102を透過してきた音波の強度分布を測定するための受音素子207が側方音源の反対側に音源側と同様にアレイ状に設置した構成となっている。

【0012】これらの各構成要素は、検査を開始する前に、予めコンソール113で設定された分析項目に基づいて、自動的にメインコントローラ112より作成されるプログラムに従って動作する。

【0013】以上のような構成において、本化学分析装置は以下のように動作する。まず、サンプルカップ104からサンプリング機構107が、サンプルを反応容器102内に分注する。次に、その反応容器102を格納した反応ディスク101は、試薬分注位置まで回転する。そこで、試薬分注機構108が、試薬ボトル106から試薬を所定量反応容器102内に分注する。さらに、反応ディスク101は、攪拌機構109が設置されている位置まで回転する。そこで、反応容器内のサンプルと試薬の攪拌混合が行なわれる。

【0014】攪拌が終了した時点で、反応ディスク101は側定位置まで回転する。そこで、測光機構110により測定が開始される。測定が終了した時点で、反応ディスク101は洗浄位置まで回転する。そこで、洗浄機構111により、反応容器内のサンプルと試薬の混合物は吸引され、反応容器は洗浄処理される。このような一連のプロセスが複数のサンプルに対して逐一バッチ処理的に進められていく。

【0015】攪拌機構109における音源系および受音系はコントローラ208に接続されており、以下に示すような動作を行なう。なお、図2に示した本攪拌機構109のコントローラ208には圧電素子を駆動するためのドライバーと、受音素子207からの出力を増幅するアンプが内蔵されている。

【0016】化学分析装置本体のメインコントローラ112からの司令204によって、まず、反応容器102内の被攪拌対象物の液面高さ209、表面張力、壁面への親水性等を攪拌実行に先駆けて検知する。これらの検知方法を図3及び図8を用いて説明する。図3に本コントローラ208の動作に関する基本的なフローチャートを示す。図8は音波の発生状況を示す図である。

【0017】図8(a)に示すように、側方アレイ音源205と受音素子207の中から、それぞれ対向する一組の音源と受音素子とを動作させる。そして、その位置における反応容器の局所的な音波の透過301、302

を測定する。この際重要なのは、発信する音波が、反応容器を透過し、さらに、その音波が反応容器内の液面に對して何ら仕事をしない、あるいはその影響が無視できる程度の微弱であることである。このような動作を、図中1番からn番目あるいはn番から1番目までの各音源と受音素子との組について行ない、各位置における音波の透過量について測定する(図3のステップ310)。この際、反応容器中に液体がある場合と無い場合では、音波が伝播する音響インピーダンスが著しく異なる。そのため、透過する音波の違いが生じる。従って、各位置における音波の透過量の差分を求め(ステップ311)、その値が最も大きな位置が、液面303の存在する位置(ステップ312)ということになる。液面の検出には音源と受音素子との組の数、つまりアレイの分割数nが多ければ多いほど精度の高い液面検出ができるとは言うまでもない。

【0018】次に、下方の音源より図8(b)に示すように音源側に強度が偏った強度の音波305を照射し、液面306を音源側の反応容器側面に押し上げると、これに伴って反対側の側面では液面307が下がる。このような液面の変形と下方より照射する音波の強度との関係は被攪拌対象物の特性(表面張力、反応容器壁への親水性、被攪拌物の密度等)によって支配されている。このため、下方の音源より照射する音波の強度と、液面の偏りを測定すれば被攪拌物の上記特性を同定することができる(ステップ313)。一例として、図8(b)では、液面の高さ全域に渡って音波308を照射し、反対側に透過してくる領域309より、液面の状態を同定する方法を示している。このような方法を用いて、下方の音源より照射されている音波の強度分布306を連続的に変化させ、それに対応する液面の状態306、307を連続的に測定することによって、被攪拌対象物の特性をより精度よく推定することが可能となる。

【0019】このような被攪拌対象物の特性をセンシングする処理が終了した段階で、コントローラ208は、検出された液面高さと同定された諸特性値に基づいて、その被攪拌対象物にとって最適な攪拌パラメータ(側方および下方の照射音波の強度分布およびその時間的変遷履歴)を設定(ステップ314)し、攪拌は実行される(ステップ315)。

【0020】もし、攪拌・混合操作が十分に行なわれていれば、被攪拌対象物の密度および粘性およびそれらに伴う伝播速度は被攪拌物中どの点においても均一で等しくなる。従って、不均一な状態の攪拌前において液面高さを検出した際の各音源-受音素子間の透過音波のバラツキと、均一な攪拌終了後のそれを比較した場合に、そのバラツキは小さくなっている。また、特性をセンシングする際に、連続的に測定した下方音源の照射強度と液面の偏りの関係は、攪拌の前後で異なる。そこで、攪拌前のセンシングと同様なセンシングを攪拌後にも行ない、

両者を比較することによって、本実施例の効果として搅拌・混合の達成具合を評価することが可能となる。

【0021】本実施例の効果として、このような構成とコントローラによって、搅拌を行なう音源と被搅拌対象物をセンシングするハードウェアを共有することが可能となり、化学分析装置の一個所の位置において、搅拌、およびその評価を行なうことが可能となる。また、被搅拌対象物の液量や特性に関する情報を与えずに、メインコントローラ112からのトリガーの司令204だけで自律的に機能する搅拌機構であるため、不特定な複数の被搅拌対象物をバッチ的に分析処理していく化学分析装置に極めて有効である。

【0022】先の実施例の搅拌機構では、音波の透過を利用して、被搅拌対象物の液面特性をセンシングする方法であり、受音素子207を設置する必要があった。この受音素子207を必要としない、他の原理のセンシング方法の実施例を図4及び図5を用いて説明する。図4はその構成図であり、図2に比べて側方の受音素子207が無い点だけが異なる。図5は図8と同様各音源の動作状況を示したものである。この場合のセンシングの原理およびコントローラ208の動作は以下の通りである。

【0023】図5(b)のように圧電素子501に交流電圧502を印加させて、図に示すように音波503を照射させる場合、その音波が照射される前面の媒質の条件が異なれば、音響的な負荷も変化する。このため圧電素子501の電気的なインピーダンスつまり、印加電圧504と流れる電流505の比の関係が変化する。従って、音源を駆動する際、印加されている電圧504と電流505の関係をモニターしながら図2、図3及び図8の実施例同様にアレイ音源205の各音源を順次照射する。その結果、液面の上と下の高さに位置する音源間509、510に音源の電気インピーダンスの違いが生じる。この違いを利用することによって、反応容器506内に存在する被搅拌対象物の液面高さ508を検出することができる。

【0024】また、図5(c)に示すように、先の実施例同様に、下方より音波511を照射した場合の液面の偏りを、本実施例では持ち上げられている側の液面512についてその高さを検出することができる。従って、先の実施例同様に、下方から照射する音波の強度511と持ち上げられる液面の高さ512の関係から被搅拌対象物の諸特性が同定される。

【0025】また、同様に搅拌前のセンシングの結果と搅拌終了時点における状態を比較することによって、搅拌・混合を評価することが可能であることは言うまでもない。

【0026】また、本音源系、受音系は、反応容器内の液面の高さだけではなく、反応容器外の恒温水の液面の高さにも適用が可能である。

【0027】図2の実施例に対して、受音系を単純化する他の実施例を図7を用いて説明する。図7は搅拌位置の反応容器の断面図を示したものである。

【0028】本実施例と図2の実施例とで異なる点は、受音系をアレイ化されていない音源系701とした点、および、コントローラ208が以下のように動作するよう制御する点である。また、本実施例における音源205は圧電材料のような圧電効果及び、逆圧電効果を備えた音源素子にも受音素子になるものである。

【0029】前記構成で、まず、搅拌前のセンシングの際には音源系701より微弱な音波が一様に照射される。そして、反応容器201内に液体が満たされている部分を透過してきた音波を、アレイ音源系205で検出し、液面の高さを同定する。その後、被搅拌物の特性の同定は図3の実施例と同様である。そして、センシングが完了した後に、図3の実施例と同様に側方からの音源205及び、下方からの音源206を用いて最適な音波照射条件で搅拌を実施する。

【0030】前記2つの実施例では、現在実用されているヘラ回転型の搅拌機構についても実施することができる。その実施例を図6を用いて説明する。図6にはヘラ回転型の搅拌機構を示したものである。

【0031】本実施例は従来のヘラ回転型の搅拌機構とほぼ同じ構成である。ヘラ601と、それを回転させるために根元に接続されたモータ602と、図示していないこれらの昇降を行なう移動機構より構成される。ただし、モーターを制御するコントローラ603の内部には、図に示すように、モーター602に印加されている電圧604と電流605をモニターする機能と、これらの情報を取り込んで、モーターに印加する電圧を制御する駆動ドライバ606が内蔵されている。

【0032】本実施例では、モーター602の負荷トルクが変われば、印加されている電圧とその時に流れ込む電流の関係、つまり、モーターの電気的インピーダンスが変化する。このようなモータの特性を利用して、液面の上からヘラを回転させながら下降させていなければヘラが液面に接した瞬間からモータの負荷が変動する。このため、モータの電気的インピーダンスが変化する。この変化する位置より液面の高さを検出することができる。さらに、ヘラを回転させながら下降させていった場合に、ヘラの液体に浸っている深さ、および電気インピーダンスの関係から、被搅拌対象物の特性(粘性、密度等)を同定し、最適な搅拌パラメータ(ヘラの回転数、回転時間、ヘラの昇降パターン等)をコントローラ603は自動的に設定し、搅拌混合を行なう。

【0033】また、前記2つの実施例同様搅拌の前後のヘラのある位置におけるモーターの電気的インピーダンス違いの差から、本搅拌・混合の達成具合を評価することが可能となる。

【0034】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、被搅拌物の特性を搅拌実行前にセンシングし、その結果に基づいて最適化された搅拌パラメータによって搅拌を行なうことによって、搅拌・混合の効率を向上させることにある可能である。

【0035】また、搅拌中あるいは終了時点での被搅拌物の混合程度を計測する事によって、再搅拌の必要性を判定したり、分析結果の信頼性評価の指標を与える事が可能な搅拌機構を実現することが可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の化学分析装置全体の構成を示す傾視図である。

【図2】本発明の搅拌位置における反応容器等の縦断面図である。

【図3】本発明の動作のフローチャートを示す図である。

【図4】本発明の搅拌位置における他の実施例の反応容器等の縦断面図である。

【図5】図4の動作原理を示す説明図である。

【図6】本発明の搅拌位置における他の実施例の反応容器等の縦断面図である。

【図7】本発明の搅拌位置における他の実施例の反応容器等の縦断面図である。

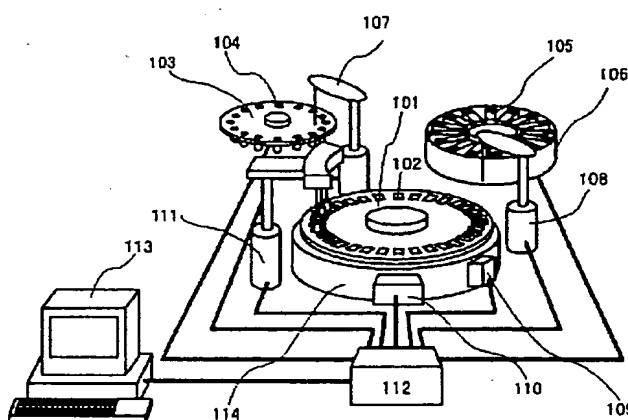
【図8】図3の動作原理を示す説明図である。

【符号の説明】

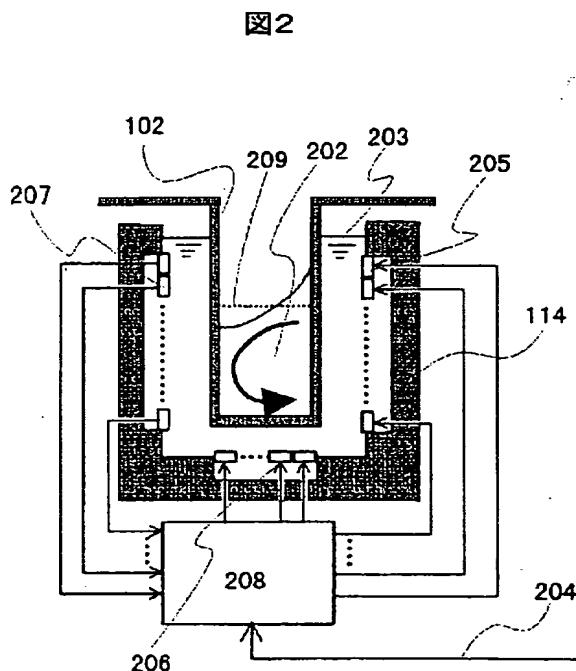
101…反応ディスク、102…反応容器、103…サンプル用ターンテーブル、104…サンプルカップ、105…試薬ボトル、106…ターンテーブル、107…サンプリング機構、108…試薬分注機構、109…搅拌機構、110…測光機構、111…洗浄機構、112…メインコントローラー、113…コンソール、202…被搅拌物、203…恒温水、204…メインコントローラーからの司令、205…側方アレイ音源、206…下方アレイ音源、207…受音素子、208…コントローラー、209…液面、501…圧電素子（音源）、502…印加電源、503…音波、504…電圧計、505…電流計、601…ヘラ、602…モーター、606…モーター駆動ドライバー。

【図1】

図1

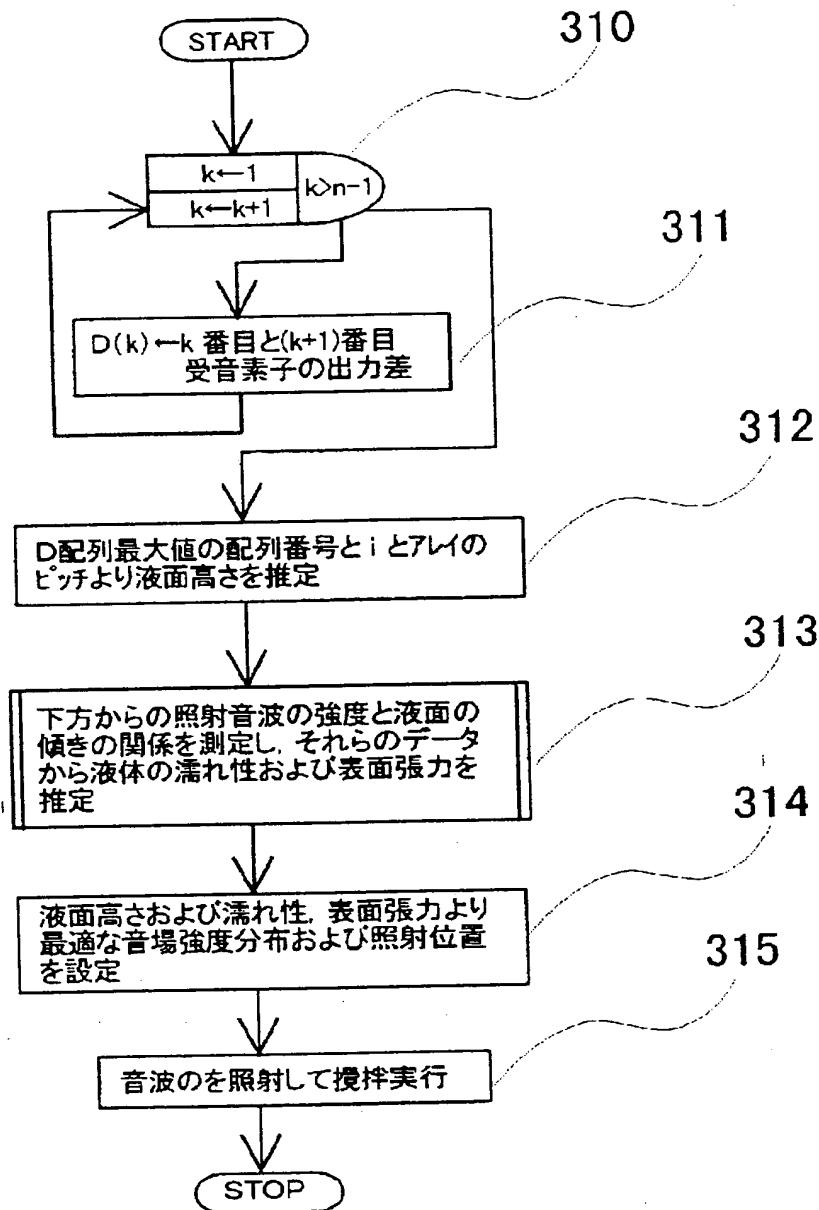


【図2】



【図3】

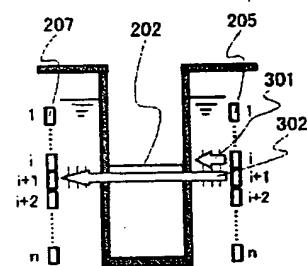
図3



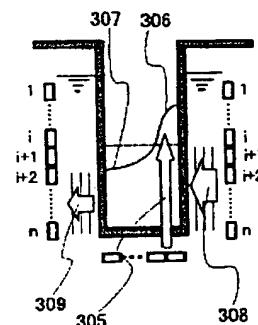
【図8】

図8

(a)

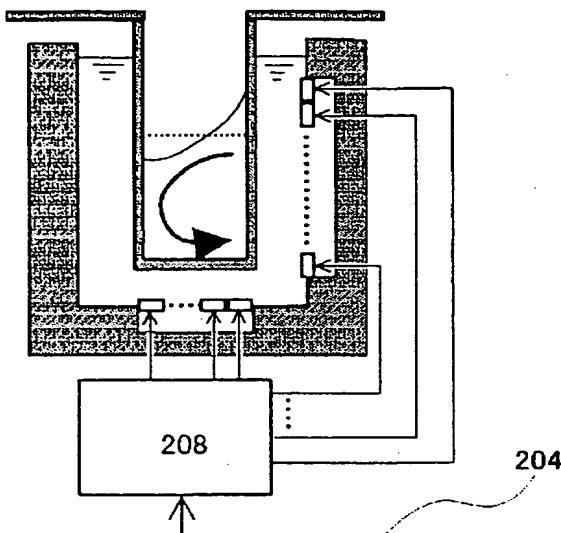


(b)



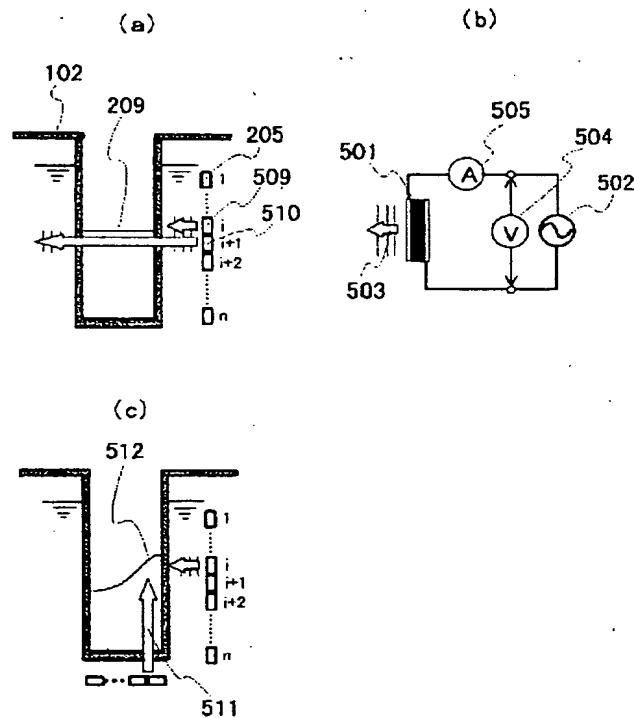
【図4】

図4



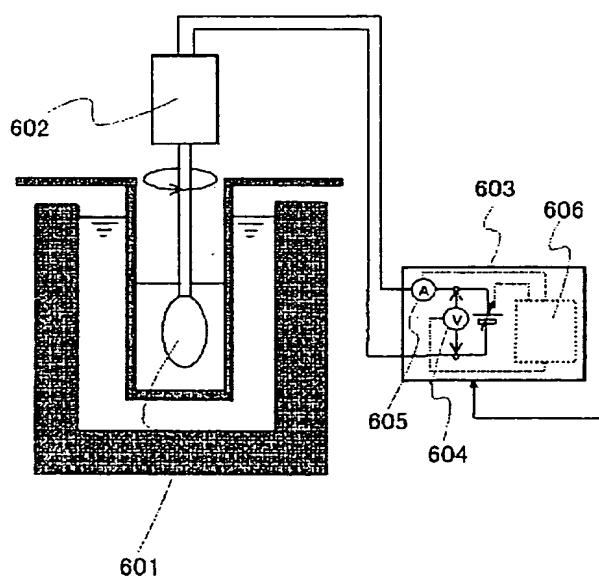
【図5】

図5



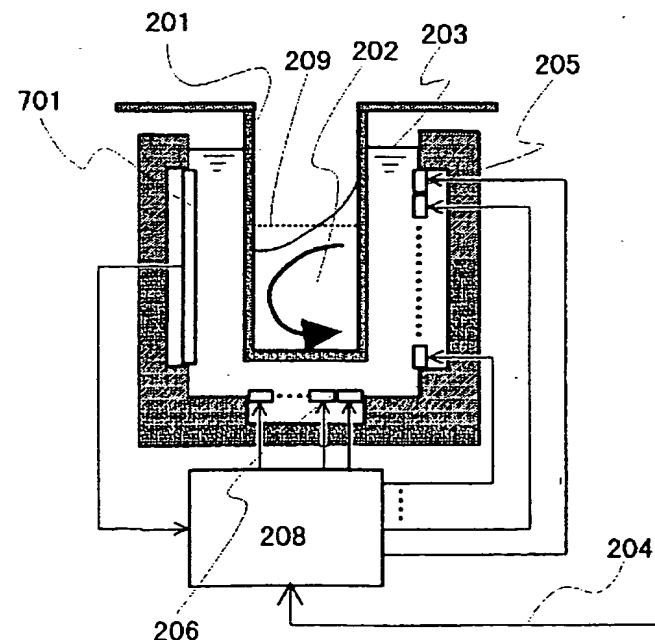
【図6】

図6



【図7】

図7



フロントページの続き

(72)発明者 寺山 孝男  
茨城県ひたちなか市市毛SS2番地 株式会  
社日立製作所計測器グループ内  
(72)発明者 三巻 弘  
茨城県ひたちなか市市毛SS2番地 株式会  
社日立製作所計測器グループ内  
(72)発明者 内田 裕康  
茨城県ひたちなか市市毛SS2番地 株式会  
社日立製作所計測器グループ内

(72)発明者 三村 智憲  
茨城県ひたちなか市市毛SS2番地 株式会  
社日立製作所計測器グループ内  
(72)発明者 稲垣 晃  
茨城県ひたちなか市市毛SS2番地 株式会  
社日立製作所計測器グループ内  
F ターム(参考) 2G058 BB09 BB16 CB04 CD04 CE08  
CF12 CF16 EA02 EA04 FA01  
FA02 FB03 FB12 GA02 GB02  
GB04 GB10 GE00  
4G037 DA18 EA10